

POLYSILOXANE AND OPTICAL ELEMENT COMPRISING POLYSILOXANE

Patent number: JP3043423
Publication date: 1991-02-25
Inventor: IMAMURA SABURO; IZAWA TATSUO
Applicant: NIPPON TELEGRAPH & TELEPHONE
Classification:
- **international:** C08G77/24; G02B1/04; C08G77/00; G02B1/04; (IPC1-7): C08G77/24; G02B1/04
- **european:**
Application number: JP19890178090 19890712
Priority number(s): JP19890178090 19890712

Report a data error here

Abstract of JP3043423

PURPOSE: To obtain a polysiloxane providing an optical material having stable light transmission characteristics in a range from visible light rays to near infrared rays, excellent heat resistance and water-vapor resistance, comprising a polymer having a specific repeating unit. **CONSTITUTION:** For example, chlorosilane is dissolved in an organic solvent such as toluene, hydrolyzed and polymerized with an alkali such as potassium hydroxide to give a polymer or copolymer having a repeating unit shown by formula I and/or formula II [R1 and R2 are group shown by formula III (Y is deuteron or halogen; (n) is <=5) or group shown by formula IV]. The polysiloxane can be made into plastic optical materials having a low loss from visible light rays to near infrared rays and a only slight influence on OH vibration absorption resulting from moisture absorption, surface treating materials such as water repellent and functional film such as oxygen enriching film.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

THIS PAGE BLANK (USPTO)

⑯ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

平3-43423

⑬ Int.Cl.⁵

C 08 G 77/24
G 02 B 1/04

識別記号

NUH

庁内整理番号

6609-4J
7102-2H

⑭ 公開 平成3年(1991)2月25日

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全8頁)

⑮ 発明の名称 ポリシロキサンおよびポリシロキサンからなる光学素子

⑯ 特 願 平1-178090

⑰ 出 願 平1(1989)7月12日

⑱ 発明者 今村 三郎 東京都千代田区内幸町1丁目1番6号 日本電信電話株式会社内

⑲ 発明者 伊澤 達夫 東京都千代田区内幸町1丁目1番6号 日本電信電話株式会社内

⑳ 出願人 日本電信電話株式会社 東京都千代田区内幸町1丁目1番6号

㉑ 代理人 弁理士 谷 義一

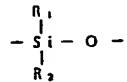
明細書

1. 発明の名称

ポリシロキサンおよびポリシロキサンからなる光学素子

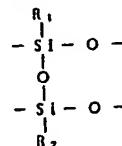
2. 特許請求の範囲

1) 一般式



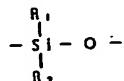
[式中 R₁ および R₂ はそれぞれ C_nY_{2n+1} (Y は直水素あるいはハロゲン元素、n は 5 以下の正の整数) で表わされる同一または異なる直水素化あるいはハロゲン化アルキル基、あるいはそれぞれ C_nY_n (Y は直水素あるいはハロゲン元素) で表わされる同一または異なる直水素化あるいはハロゲン化フェニル基] で表わされる繰り返し単位からなる直合体であることを特徴とするポリシロキサン。

2) 一般式



[式中 R₁ および R₂ はそれぞれ C_nY_{2n+1} (Y は直水素あるいはハロゲン元素、n は 5 以下の正の整数) で表わされる同一または異なる直水素化あるいはハロゲン化アルキル基、あるいはそれぞれ C_nY_n (Y は直水素あるいはハロゲン元素) で表わされる同一または異なる直水素化あるいはハロゲン化フェニル基] で表わされる繰り返し単位からなる直合体であることを特徴とするポリシロキサン。

3) 一般式

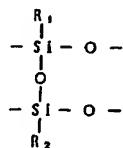


[式中 R₁ および R₂ はそれぞれ C_nY_{2n+1} (Y は

特開平3-43423(2)

重水素あるいはハロゲン元素、nは5以下の正の整数)で表わされる同一または異なる重水素化あるいはハロゲン化アルキル基、あるいはそれぞれ C_nY_2 (Yは重水素あるいはハロゲン元素)で表わされる同一または異なる重水素化あるいはハロゲン化フェニル基]で表わされる繰り返し単位と

一般式



[式中R₁およびR₂はそれぞれ C_nY_{2n+1} (Yは重水素あるいはハロゲン元素、nは5以下の正の整数)で表わされる同一または異なる重水素化あるいはハロゲン化アルキル基、あるいはそれぞれ C_nY_2 (Yは重水素あるいはハロゲン元素)で表わされる同一または異なる重水素化あるいはハロゲン化フェニル基]

それぞれ C_nY_2 (Yは重水素あるいはハロゲン元素)で表わされる同一または異なる重水素化あるいはハロゲン化フェニル基である。

(以下余白)

で表わされる繰り返し単位の共重合体であることとを特徴とするポリシロキサン。

4) 下記一般式(I)または(II)で表わされる繰り返し単位からなるポリシロキサンもしくは一般式(I)と(II)のそれぞれの繰り返し単位を含むポリシロキサンからなる光伝送媒体を有することを特徴とする光学素子:



ただし、式中R₁およびR₂はそれぞれ C_nY_{2n+1} (Yは重水素あるいはハロゲン元素、nは5以下の正の整数)で表わされる同一または異なる重水素化あるいはハロゲン化アルキル基、あるいはそ

3. 発明の詳細な説明

【産業上の利用分野】

本発明は、光集積回路用導波路およびプラスチック光ファイバなどのような光学材料および電気絶縁材料等のように電子部品材料として使用する、ハロゲン元素および重水素を含むポリシロキサンに関するものである。

【従来の技術】

光学部品および光ファイバの基材としては、光伝送損失が小さくかつ伝送帯域が広いことから、一般に石英ガラスおよび多成分ガラス等のような無機系のものが使用されている。

一方、プラスチックを基材とする光学材料も開発されている。これらのプラスチック光学材料は、無機系の材料に比べて加工性がよく、取り扱い易い等の特徴を持つことから注目されている。例えば光ファイバにおいては、ポリメチルメタクリレート(PMMA)あるいはポリスチレンのように透明性に優れたプラスチックを芯(コア)とし、そ

の芯成分よりも屈折率の低いプラスチックを鞘（クラッド）成分とした同心のコアークラッド構造からなるものが知られている。

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、これらのプラスチック光ファイバは、無機系のファイバに比べて内部を伝達する光の減衰度合が大きいという問題点がある。

光の伝達は光回路あるいはファイバの一端に入射した光を長さ方向に沿って内部で全反射させることにより行なうが、プラスチックの内部を光が伝達するときに、光が吸收あるいは散乱されることによって光の減衰を強めるような要因を最小にすることが重要である。

光回路部品においては現状の光ファイバ通信に用いられている、波長が 850～1600nm の光を用いているので、光ファイバの材料としてプラスチックを用いる場合、上述の波長領域における低損失化はより切実である。

プラスチックの光伝送損失の最も大きな要因

上述のような完全な置換体のモノマを得ることは非常に困難であった。

また、コア材料として用いられる重水素化ポリメチルメタクリレート



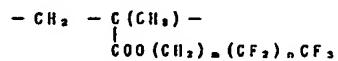
はポリメチルメタクリレートに比べると低損失化が図れるが、小さいながらも C-D 結合に起因する高調波吸収があり、光集積回路のように 1300～1600nm 付近の光を用いる場合、光損失を無視することはできない。さらにポリスチレン等に比べ吸湿性が高く、1%程度の飽和吸湿率を持つ。

従って、湿度が高い環境では、水分子の O-H の振動吸収が光損失に影響を与える。O-H 振動吸収の高調波によって、特に近赤外域の光伝送損失は低下する（例えば「成能俊邦, polymer preprints, Japan, 32巻, 4号, 1983年 2525頁」参照）。すなわち使用環境条件の湿度変化により光伝送損失が変動するという問題点があった。

また、有機系ポリマ、特にポリメチルメタクリ

は、プラスチックを構成する分子における炭素－水素間の赤外振動吸収の高調波である。この炭素－水素結合に起因する高調波を小さくし、また長波長シフトさせるために、プラスチック分子中の水素原子を弗素等のハロゲン原子あるいは重水素原子で置換することが提案されている。

例えば、水素を弗素で置換したプラスチックとしては、エステル側鎖の水素の一部を弗素置換したポリメタクリレート



が PMMA より低損失となることが示された（例えば「成能俊邦, 高分子論文集, 42巻, 1985年 257-264頁, 高分子学会」参照）。

しかしながら、エステル側鎖あるいは主鎖のメチル基に炭素－水素結合が残っているために低損失化は充分ではない。エステル側鎖の水素をすべて重水素置換あるいは弗素置換することは低損失化に有用と考えられる。しかしながら、原料アルコールの安定性が悪い等の合成上の問題があり、

レート系ポリマのガラス転移温度は一般に 100℃ 前後である。そのため耐熱温度の上限は 100℃ 程度であり、実用的なものとしては使用することができなかった。そこで、これらのような耐熱性に関する問題点を解決するものとして、ゴム状シリコキサンを用いた光導波路および光ファイバが提案されている（例えば、特願昭 63-98603 号）。これらは優れた耐熱性と安定した伝送特性を示すが、側鎖に C-H 結合が存在するため光伝送損失が高いという問題点がある。

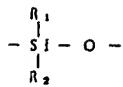
本発明はこのような現状に鑑みてなされたものであり、その目的は可視光～近赤外光域において低損失であり、しかも耐熱性に優れ、かつ吸湿に伴う OH 振動吸収の影響の少ないプラスチック光学材料、撥水材等の表面処理剤および酸素富化膜等の機能膜として使用可能なシリコキサンを提供することにある。

【課題を解決するための手段】

このような目的を達成するために、本発明は、

特開平3-13423(4)

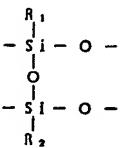
一般式



[式中 R_1 および R_2 はそれぞれ C_nY_{2n+1} (Y は重水素あるいはハロゲン元素, n は 5 以下の正の整数) で表わされる同一または異なる重水素化あるいはハロゲン化アルキル基、あるいはそれぞれ C_6Y_5 (Y は重水素あるいはハロゲン元素) で表わされる同一または異なる重水素化あるいはハロゲン化フェニル基]

で表わされる繰り返し単位からなる重合体であることを特徴とする。

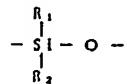
また、本発明は、一般式



[式中 R_1 および R_2 はそれぞれ C_nY_{2n+1} (Y は重水素あるいはハロゲン元素, n は 5 以下の正の整数) で表わされる同一または異なる重水素化あるいはハロゲン化アルキル基、あるいはそれぞれ C_6Y_5 (Y は重水素あるいはハロゲン元素) で表わされる同一または異なる重水素化あるいはハロゲン化フェニル基]

で表わされる繰り返し単位からなる重合体であることを特徴とする。

さらに、本発明は、一般式



[式中 R_1 および R_2 はそれぞれ C_nY_{2n+1} (Y は重水素あるいはハロゲン元素, n は 5 以下の正の整数) で表わされる同一または異なる重水素化あるいはハロゲン化アルキル基、あるいはそれぞれ C_6Y_5 (Y は重水素あるいはハロゲン元素) で表わされる同一または異なる重水素化あるいはハロゲン化フェニル基]

で表わされる繰り返し単位 ~~を含む~~

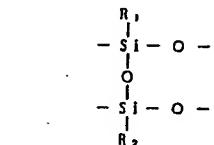
一般式



ただし、式中 R_1 および R_2 はそれぞれ C_nY_{2n+1} (Y は重水素あるいはハロゲン元素, n は 5 以下の正の整数) で表わされる同一または異なる重水素化あるいはハロゲン化アルキル基、あるいはそれぞれ C_6Y_5 (Y は重水素あるいはハロゲン元素) で表わされる同一または異なる重水素化あるいはハロゲン化フェニル基である。

【作用】

本発明においては、ポリシロキサン側鎖の水素をハロゲン化あるいは重水素化することにより C-H 結合に起因する高調波吸収を小さく、かつ長



[式中 R_1 および R_2 はそれぞれ C_nY_{2n+1} (Y は重水素あるいはハロゲン元素, n は 5 以下の正の整数) で表わされる同一または異なる重水素化あるいはハロゲン化アルキル基、あるいはそれぞれ C_6Y_5 (Y は重水素あるいはハロゲン元素) で表わされる同一または異なる重水素化あるいはハロゲン化フェニル基]

で表わされる繰り返し単位 ~~を含む~~ 共重合体であることを特徴とする。

さらにまた、本発明の光学素子は、下記一般式 (I) または (II) で表わされる繰り返し単位からなるポリシロキサンもしくは一般式 (I) と (II) のそれぞれの繰り返し単位を含むポリシロキサンからなる光伝送媒体を有することを特徴とする。

特開平3-43423(5)

波長シフトさせることにより低損失の光学材料を得ることができる。また主鎖構造がシロキサンであることから高い耐湿性を示すが、さらに側鎖のハロゲン化によりポリマの吸湿性は大幅に低下し、吸湿に基づくO-H振動吸収強度は極めて小さくなる。PMMA系のポリマが吸湿性が大きいために吸湿あるいは脱湿によってOII基に基づく吸収強度が大きく変動し、安定した導光特性が得られなかつたのに比べ、本発明は極めて安定した光特性を維持し得るという特徴がある。

本発明のポリマは一般式(III)、(IV)あるいは(V)



シロキサン製造法と同様であり、クロロシランをトルエンあるいはキシリレン等の有機溶媒に溶解し、KOH、又はKOD等のアルカリで加水分解および重合を行なわせるものである。

【実施例】

以下、実施例により本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。

モノマ製造例1

フェニルトリクロロシランd-5の合成

① 1Lのステンレス製オートクレーブにOSiCl₃を244g、CaD₆を140gおよび触媒としてBCl₃を仕込み、温度270℃のもとで最大圧力65kg/cm²で10時間反応させた。冷却後、340gの生成液を得た。この生成液を常圧蒸留し、200～201℃の留分のCaD₆SiCl₃ 130gを得た。

② 37.4gのSiCl₄を200mlのヘブタンに溶解したものと500mlのフラスコに入れた。次に滴下ポートからフェニルマグネシウムクロライドd-5の



で表わされるクロロシランの加水分解で得られるシラノールや環状ポリシロキサンの単独重合あるいは共重合により得ることができる【式中R₁、R₂は同一または異なり、C_nY_{2n+1}（Yは重水素あるいはハロゲン元素、nは5以下の正の整数）で表わされる重水素化あるいはハロゲン化アルキル基、あるいはC_nY₃（Yは重水素あるいはハロゲン元素）で表わされる重水素あるいはハロゲン化フェニル基】。また、一般式(III)、(IV)あるいは(V)で表わされるクロロシランとアルコールを反応して得られる各種のアルコキシシランの重合やハロゲノシランとアルコキシシランの縮合によってもポリマを得ることができる。

なお、nが6以上ではポリマのガラス転移温度が低くなるので取り扱いに問題があり、nは5以下が望ましい。

本発明におけるポリマの製造法は、一般的のポリ

テトラヒドロフラン溶液を500ml/hの割合で滴下し、かつ攪拌しつつ温度は40～50℃に保った。滴下後2時間退済し、その後沈殿を濾過した。濾液を蒸留し、常圧蒸留で200～201℃の留分のCaD₆SiCl₃を20g得た。

モノマ製造例2

ジフェニルジクロロシランd-10の合成

1Lのステンレス製オートクレーブに、Si粉末45g、CuCl 8gおよびZnCl₂ 0.25gをよく混合して充填した。この混合物を窒素気流中で430℃に加熱し、CuClを還元した。冷却後、モノクロロベンゼンd-5 40gを入れ、430℃で15時間反応させると約20gのクロロシランが得られた。このクロロシランを蒸留塔で蒸留し、蒸気圧30mmHgで184～186℃の留分のジフェニルジクロロシランd-10を13g得た。

モノマ製造例3

ジメチルジクロロシランd-6の合成

管状電気炉中の石英製反応管に、Si粉末45g、CuCl 8gおよびZnCl₂ 0.25gをよく混合して充填

特開平3-43423(6)

した。この混合物を窒素気流中において300℃に加熱し、CuCl₂を還元した。さらに温度を320℃に保ち、クロロメタンd-3を0.8l/hrの割合で反応管に流すと、15時間の反応で約20gのクロロシランが得られた。このクロロシランを精留塔において精留し、69～70℃の留分のジメチルジクロロシランd-6を12g得た。

モノマ製造例4

メチルトリクロロシランd-3の合成

管状電気炉中の石英製反応管に、Si粉末45g、CuCl₂8gおよびZnCl₂0.25gをよく混合して充填した。この混合物を窒素気流中において300℃に加熱し、CuCl₂を還元した。さらに温度を320℃に保ち、クロロメタンd-3を0.4l/hrの割合で反応管に流すと、15時間の反応で約20gのクロロシランが得られた。このクロロシランを精留塔において精留し、64～65℃の留分のメチルトリクロロシランd-3を14g得た。

モノマ製造例5

ベンチルトリクロロシランd-11の合成

ノマ製造例1で得られたフェニルトリクロロシランd-5 20gおよび鉄触媒0.2gを入れ、冷浴で冷却しつつ塩素5.3gを滴下した。10時間反応させ、得られた反応液を蒸留し、蒸気圧15mmHgで120～125℃の留分15gを得た。

モノマ製造例6

クロロフェニルトリクロロシランd-4の合成

塩化カルシウム管、温度計および滴下ロートを備えた200mlのフラスコに、四塩化炭素100ml、モノマ製造例1で得られたフェニルトリクロロシランd-5 20g、塩化第2鉄0.3gおよび沃素0.1gを入れ、塩素ガスを50g吹き込んだ。得られた反応液を蒸留し、蒸気圧7mmHgで87～88℃の留分を18g得た。

モノマ製造例7

フルオロフェニルトリクロロシランd-4の合成

モノマ製造例1の工程②において、フェニルマグネシウムクロライドd-5の代わりにフルオロフェニルマグネシウムクロライドd-4を使用し、同様の条件により、蒸気圧8mmHgで194～196℃の

モノマ製造例4においてクロロメタンd-3の代わりにクロロベンタンd-11を用いることにより沸点166～168℃のベンチルトリクロロシランd-11を10g得た。

モノマ製造例6

フェニルメチルジクロロシランd-8の合成

温流冷却器、温度計およびガス吹き込み管を備えた500mlの4つロフラスコの中央部に100Wの水冷式高圧水銀灯を設置し、新しく蒸留した(CD₃)₂SiCl₂ 66gおよびCaO₂ 136gを仕込んだ。マグネチックスターラにより仕込物を攪拌し、温流器内を窒素ガスで置換した後、高圧水銀灯を点灯し、室温において塩素ガスを70g/hrの割合で7時間吹き込み反応させた。反応液約220gを減圧蒸留することにより、203～205℃のフェニルメチルジクロロシランd-8を58g得た。

モノマ製造例7

ブロムフェニルトリクロロシランd-4の合成

塩化カルシウム管、温度計および滴下ロートを備えた200mlのフラスコに、四塩化炭素100ml、モ

留分のフルオロフェニルトリクロロシランd-4を得た。

モノマ製造例10

クロロメチルメチルジクロロシランd-5の合成

塩化カルシウム管、温度計および滴下ロートを備えた200mlのフラスコに、四塩化炭素100ml、モノマ製造例1で得られたジメチルジクロロシランd-8 20g、塩化第2鉄0.3gおよび沃素0.1gを入れ、塩素ガスを50g吹き込んだ。得られた反応液を蒸留し、クロロメチルメチルジクロロシランd-5を12g得た。

モノマ製造例11

ビスクロロフェニルジクロロシランd-8の合成

塩化カルシウム管、温度計および滴下ロートを備えた200mlのフラスコに、四塩化炭素100ml、モノマ製造例2で得られたジフェニルジクロロシランd-10 30g、塩化第2鉄0.3gおよび沃素0.1gを入れ、塩素ガスを50g吹き込んだ。得られた反応液を蒸留し、蒸気圧7mmHgで175～179℃の留分を13g得た。

ポリマ製造例1

容積約50mlのフラスコに、モノマ製造例1で得られたフェニルトリクロルシランd-5 10g およびKOD 100mgを入れ、トルエン15mlと混合した。そして、この混合液を16時間還流した。反応終了後冷却し、少量の沈殿物を通過した後、溶液をメタノールに流し込むことにより再沈殿を行なった。

得られたポリフェニルシリセスキオキサンの分子量はMw=15000, Mw/Mn=2.1であった。赤外線吸収スペクトルにより、シリセスキオキサン特有の、Si-Oに起因するダブルピークが1040cm⁻¹および1160cm⁻¹に見られた。またこのポリマは高い耐熱性を示し、100℃で1時間熱処理しても何らの変化も見られなかった。

ポリマ製造例2

モノマ製造例2で得られたジフェニルジクロロシランd-10を重水と反応させることにより得たジフェニルシランジオール30gをクロロホルム500mlに溶解し、CF₃SO₃Hを触媒として、5℃でロロシランd-8 10gにKOD 100mgを添加し、15mlのトルエンと混合した。以下ポリマ製造例1と同様の処理を行ない、ポリマを得た。得られたポリマの分子量はMw=53000, Mw/Mn=2.8であった。

ポリマ製造例6

モノマ製造例1で得られたフェニルトリクロルシランd-5 5gおよびモノマ製造例5で得られたベンチルトリクロロシランd-11 4.5gにKOD 100mgを添加し、15mlのトルエンと混合した。そして、この混合液を16時間還流した。反応終了後冷却し、少量の沈殿物を通過した後、メタノールに溶液を流し込むことにより再沈殿を行なった。得られたポリマの分子量はMw=21000であった。

ポリマ製造例7

モノマ製造例1で得られたフェニルトリクロルシランd-5 10gおよびモノマ製造例3で得られたジメチルジクロロシランd-6 2gにKOD 100mgを添加し、15mlのトルエンと混合した。そして、この混合液を16時間還流した。反応終了後冷却し、少量の沈殿物を通過した後、メタノールに溶液を流

20時間反応させた。反応液をメタノール中に注ぎ込み、白色固体のポリマを得た。このポリマの分子量はMw=10000, Mw/Mn=1.6であった。

ポリマ製造例3

モノマ製造例3で得られたジメチルジクロロシランd-8 10gに100mgのKODを添加し、15mlのトルエンと混合した。以下ポリマ製造例1と同様の処理を行ない、ポリマを得た。得られたポリマの分子量はMw=18000, Mw/Mn=2.5であった。

ポリマ製造例4

容積約50mlのフラスコに、モノマ製造例4で得られたメチルトリクロロシランd-3 10gおよびKOD 100mgを入れ、15mlのトルエンと混合した。そして、この混合液を16時間還流した。反応終了後冷却し、少量の沈殿物を通過した後、メタノールに溶液を流し込むことにより再沈殿を行なった。得られたポリメチルシリセスキオキサンの分子量はMw=20000, Mw/Mn=3.1であった。

ポリマ製造例5

モノマ製造例6で得られたフェニルメチルジクレヒムにメタノールを加え、メタノールに溶けるまで溶かす。得られた溶液をメタノールに注ぎ込み、白色固体のポリマを得た。得られたポリマの分子量はMw=18000であった。

以上、ポリマの製造例について説明したが、上述の製造例において製造した他に、モノマ製造例に挙げたモノマを用いて同様な方法によりポリマを得ることができた。以下、製造したポリマを用いて作製した光節品について説明する。

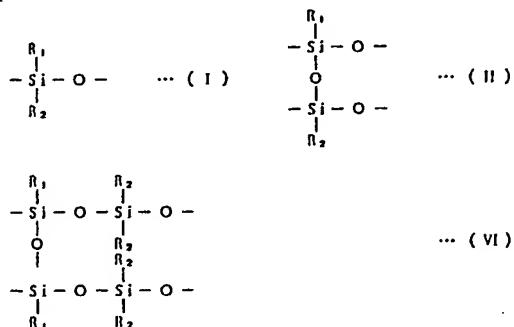
実施例1

ポリマ製造例1で得たポリマを板状に加工し、板状のポリマの両面を光学研磨し、分光器で近赤外～可視光域における吸収を測定した。その結果、波長660, 850, 1300および1550nmにおけるオプティカルデンシティ(O.D)はそれぞれ0.007, 0.003, 0.002および0.023(cm⁻¹)であり、きわめて高い透光性を示した。同様にして他のポリマについても吸収を測定した。表1にその結果をまとめた。

表 1 製造したポリマの透光性

化 学 構 造		特 定 波 長 に お け る 00				
主 鍵 構 造	R ₁	R ₂	660	850	1300	1550nm
II	CD ₃	CD ₃	0.008	0.004	0.003	0.033
II	CaD ₄ Br	CaD ₄ Br	0.008	0.004	0.005	0.110
II	CaD ₄ Cl	CaD ₄ Cl	0.000	0.004	0.004	0.023
II	CaD ₄ F	CaD ₄ F	0.005	0.004	0.003	0.035
II	CaDs	CaD ₁₁	0.010	0.008	0.005	0.080
I	CaDs	CaDs	0.008	0.004	0.003	0.035
I	CaDs	CD ₃	0.007	0.003	0.002	0.010
I	CD ₃	CD ₂ Cl	0.004	0.001	<0.001	0.007
I	CD ₃	CD ₃	0.004	0.002	0.001	0.009
I	CaD ₄ Cl	CaD ₄ Cl	0.003	0.002	0.001	0.010
VI	CaDs	CD ₃	0.004	0.002	0.001	0.009

主組構造



实施例 3

コア成分としてポリマ製造例4で得たポリマを、クラッド成分としてポリマ製造例3で得たポリマを用いて光ファイバを作製した。

コア成分ポリマを加熱しつつ押し出し機にてファイバ化し、これを溶融化したクラッド成分ポリマ中に通すことによりコーティングを行なった。この工程を経てコア直径0.75mmクラッド膜厚0.05mmの光ファイバを得た。このファイバは波長650nmで70dB/km、波長850nmで40dB/km以下の低損失窓が観察された。

このプラスチック光ファイバを、温度60℃、湿度90%RHの条件下で2昼夜静置してから取り出し、光伝送特性を測定した。吸湿に基づく損失増は波長850nmで50dB/km以下であった。同じ条件下でパーデューテロボリメチルメタクリレートの、吸湿に基づく損失増は300dB/kmであり、光損失が大幅に改善された。

实施例 2

ポリマ製造例 1 で得たポリマをコア成分、ポリマ製造例 4 で得たポリマをクラッド成分とする光導波路を作製した。

上述の2種のポリマをメチルイソブチルケトンに溶解し溶液とした。まず、クラッド成分ポリマをシリコン基板上に約 20μ の厚さに塗布した。焼成および乾燥処理後、クラッド成分ポリマ上にコア成分ポリマを約 8μ の厚さに塗布した。次に、ホトリソジラフィおよびドライエッティングにより、コア成分ポリマを長さ 50mm 、幅 8μ 、高さ 8μ の直線矩形バタンに加工した。加工後クラッド成分をコア成分ポリマ上に塗布し光導波路を組む。

波長1300nmの光を導波路の一端から照射し、他端から出てくる光量を測定することにより導波路の損失を計算した。この導波路の損失は0.1dB/cmであり充分に種々の光回路に供し得ると考えられる。

[発明の効果]

以上説明したように、本発明によるポリシロキサンは、従来のプラスチック光学材料に比べ、可視～近赤外光域において極めて優れた光伝送特性を有すると共に、高温多湿条件下にさらされても損失増が著しく少ない。そのため、近赤外光域における光集積回路用材料および可視光域あるいは近赤外光域用光源を用いる数100μの距離間における光信号伝送媒体として安定して使用し得るという利点がある。

また、従来光ファイバ通信に用いられている、 $650 \sim 1600\text{nm}$ の波長域において低損失であるので、多成分系ガラスおよび石英系光ファイバと、光／電気変換あるいは電気／光変換なしに接続して使用することができる。すなわち、これらの光学材料を使って作製した光部品により経済性に優れたローカルエリアネットワークなどのような光信号伝送システムを構成できるという利点がある。